

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①⑪ N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 699 424

②⑪ N° d'enregistrement national :

92 15379

⑤① Int Cl⁵ : B 01 D 63/02

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 21.12.92.

③⑦ Priorité :

⑦① Demandeur(s) : LYONNAISE DES EAUX - DUMEZ
(S.A.) — FR.

⑦② Inventeur(s) : Abidine Nouhad.

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : 24.06.94 Bulletin 94/25.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule.*

⑥① Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

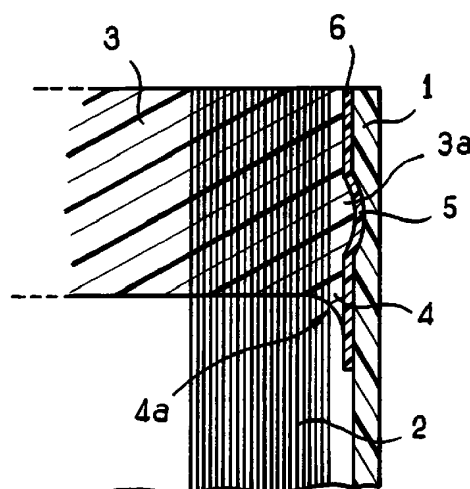
⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire : Office Blétry.

⑤④ Module de filtration à fibres creuses et son procédé de fabrication.

⑤⑦ Module de filtration comprenant un carter cylindrique
et un ou plusieurs faisceaux de fibres creuses collés par
empotage au carter à l'une de leurs extrémités ou aux
deux, caractérisé en ce que la surface interne du carter (1)
présente, au niveau des empotages (3), un rainurage (5)
ou des nervures et est revêtue d'une couche de résine (6)
plus souple que la résine d'empotage du ou des faisceaux
(2), ayant une épaisseur supérieure à celle d'une couche
d'accrochage.

Il est également décrit le procédé de fabrication d'un tel
module.



FR 2 699 424 - A1



L'invention concerne un module de filtration à fibres creuses et son procédé de fabrication.

Elle concerne tout particulièrement des modules de filtration du type comprenant un carter cylindrique contenant un ou plusieurs faisceaux de fibres creuses collés par empotage au carter à l'une de leurs extrémités ou aux deux. La fabrication d'un tel module est effectuée comme suit :

- un ou plusieurs écheveaux de fibre sont introduits dans un carter cylindrique, de manière à laisser dépasser les deux extrémités de l'écheveau hors du carter;

- un moule étanche est placé à une première extrémité du carter. Un piquage dans le carter ou dans le moule permet l'injection du matériau d'empotage, généralement un mélange de résine ou colle durcissable. Une fois injectée la quantité nécessaire de colle, on la laisse durcir, généralement par réticulation;

- le moule est ensuite enlevé de la première extrémité et placé si nécessaire à la deuxième extrémité où l'on procède à la même opération de moulage;

- on coupe l'empotage qui dépasse du carter aux niveaux souhaités, de façon à ouvrir les fibres creuses aux deux extrémités du module ainsi constitué, en assurant une parfaite étanchéité entre les fibres les unes par rapport aux autres, entre la plaque de tête ou l'empotage ainsi formé et l'intérieur du carter.

On assure ainsi une séparation totale entre le compartiment perméat (ou filtrat) et le compartiment concentrat (liquide à filtrer) du module. L'empotage assure également une liaison par adhésion entre les

différentes fibres d'une part ainsi qu'entre la masse fibre-résine d'empotage et l'intérieur du carter de support.

5 Lorsque le durcissement ou la réticulation du matériau d'empotage s'accompagne d'un dégagement de chaleur (réaction exothermique), il y a parfois un retrait visqueux de la masse de départ. Ce phénomène est dû au passage de l'état liquide à l'état solide du
10 matériau. Le réarrangement de structure se fait parfois avec un gradient de vitesse et les composés du centre de la masse réticulent plus et plus rapidement que ceux se trouvant à la périphérie.

Ce phénomène de retrait est maîtrisable; en effet en optimisant la quantité de colle ou de résine, sa
15 composition (nature et pourcentage d'agent durcisseur) et les conditions opératoires d'empotage (température d'injection, température ambiante), on peut limiter la réaction exothermique. L'amplitude du retrait est alors minime et les forces d'arrachement qui s'exercent sur la
20 liaison carter/plaque d'empotage sont faibles par rapport aux forces d'adhésion.

On sait donc réaliser des modules de ce type nonobstant une série d'adaptations dépendant du volume à assembler, de sa géométrie, des conditions opératoires
25 de moulage mais aussi de la nature du mélange d'empotage utilisé : résines époxy, résines de polyuréthane, du couple résine-durcisseur particulier, etc.

La résistance de la plaque de tête ainsi obtenue dépend de sa hauteur, de la nature de la résine
30 d'empotage utilisée et en particulier des propriétés mécaniques intrinsèques de celle-ci ainsi que du taux de transformation ou de réticulation obtenu, les propriétés de la résine changeant en effet en fonction du taux de réticulation.

35 En service, les modules de filtration travaillent sous pression, la pression étant appliquée tant pendant

les cycles de filtration que pendant les rétrolavages périodiques permettant de décoller de la surface des fibres les matières solides qui s'y sont déposées.

5 La plaque de tête peut subir un vieillissement chimique et/ou mécanique, en raison des propriétés viscoélastiques du matériau final : fluage sous contraintes mécaniques et thermiques (séparées ou simultanées), vieillissement chimique, etc. Cependant, l'influence d'un tel vieillissement sur les propriétés
10 mécaniques de l'empotage reste faible car la hauteur d'empotage est généralement surdimensionnée pour obtenir une bonne étanchéité entre les fibres et pour augmenter la surface d'adhésion entre la plaque d'empotage et le carter.

15 Les propriétés mécaniques de l'empotage sont donc excellentes et la pression nécessaire pour provoquer la rupture de la plaque de tête est de 10 fois ou plus la pression d'utilisation des modules; pour une plaque d'empotage ayant un diamètre nominal de 300 mm et une
20 hauteur de 50 mm, la pression de rupture est d'environ 39 bars alors que les pressions d'utilisation sont de 2 à 4 bars.

Par contre le mouillage de la surface interne du carter par le matériau d'empotage en début d'injection
25 entraîne la formation d'un joint de matériau d'empotage de faible épaisseur. A long terme, le vieillissement chimique et/ou mécanique que subit le joint peut provoquer une amorce de rupture avec le carter. En outre, une pollution de la surface interne du carter
30 avant moulage peut accentuer ce phénomène de rupture en créant dès l'origine une rupture adhésive, c'est-à-dire décollement de la plaque intacte.

En outre lors du fonctionnement sous pression du module, ce dernier se déforme et il y a création d'une
35 ligne de fragilité à l'arrêt de la plaque d'empotage à l'intérieur du carter.

Il y a donc un risque de rupture de la liaison entre le carter et la plaque de tête, ce qui entraîne un défaut d'étanchéité des modules.

Pour assurer un meilleur ancrage de la plaque de tête (empotage) dans le carter, on a songé à adjoindre à la liaison par adhésion un ancrage mécanique en prévoyant à la surface interne du carter des rainures dans lesquelles s'introduit le matériau d'empotage en formant un bossage ou des nervures qui pénètrent dans le matériau d'empotage.

On constate alors que la rupture de la plaque de tête ne se produit qu'avec application de forces plus élevées qu'en l'absence de rainures et que les ruptures sont essentiellement du type cohésif, c'est-à-dire avec fragmentation de la plaque. On a donc obtenu une meilleure tenue mécanique de la plaque de tête mais subsiste toujours le risque d'une rupture adhésive, laissant subsister les risques de fuites par défaut d'étanchéité. Cette rupture adhésive peut être due à un vieillissement chimique de la liaison adhésive ou à une pollution accidentelle de la surface du carter avant la coulée du matériau d'empotage.

L'invention résoud donc le problème en fournissant un procédé de fabrication d'un module de filtration à fibres creuses du type décrit précédemment, procédé dans lequel on prévoit un rainurage ou des nervures à la surface interne du carter, au niveau des plaques d'empotage, on applique au niveau des plaques d'empotage une couche de résine durcissable qui, une fois durcie, est plus souple que le matériau d'empotage durci, avec une épaisseur finale supérieure à celle d'une couche d'accrochage, et on procède ensuite aux empotages de la manière habituelle.

Il est également fourni le module de filtration obtenu par ce procédé.

Il est bien entendu connu d'utiliser des couches d'accrochage pour améliorer l'adhésion entre deux éléments, mais ces couches d'accrochage sont généralement de faible épaisseur. Au contraire, selon la présente invention, la couche de résine a une épaisseur
5 relativement importante, de l'ordre de 50 à 200 μm , et elle est à l'état durci plus souple que le matériau d'empotage durci. Ainsi, s'il se produit une rupture adhésive entre la surface interne du carter et la couche
10 de résine souple ou entre la couche de résine souple et le matériau d'empotage, cette couche de résine souple forme un joint entre la rainure et le bossage correspondant de la résine d'empotage (ou entre la nervure et le creux correspondant de la résine
15 d'empotage) lorsque la plaque d'empotage se déplace par rapport à la rainure (ou la nervure).

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à la lecture de la description détaillée qui suit, faite en référence aux figures
20 annexées dans lesquelles:

la figure 1 illustre la formation d'un joint lors de la réalisation de l'empotage dans le carter,

la figure 2 représente en vue agrandie la déformation de l'ensemble plaque d'empotage-carter,

25 la figure 3 représente un mode de réalisation selon la présente invention,

la figure 4 représente un autre mode de rainurage selon la présente invention, et

la figure 5 représente l'utilisation de nervures.

30 La figure 1 représente de façon schématique l'une des extrémités d'un module de filtration à fibres creuses. Un carter 1 contient un faisceau de fibres 2, maintenu dans le carter par une plaque de tête 3 obtenue par coulée d'une résine d'empotage. Le faisceau de fibres
35 creuses 2 peut bien entendu être un faisceau unique ou

un ensemble de plusieurs faisceaux élémentaires, comme cela est décrit dans EP-A-0 335 760.

5 Lors de l'injection de la quantité nécessaire de matériau d'empotage, il se forme par mouillabilité un joint 4 peu épais entre la plaque de tête 3 et le carter 1. Ce joint 4 constitue donc une zone de fragilité, en particulier lors de la déformation du carter tel que représenté schématiquement et de façon amplifiée sur la figure 2, lorsque le module de filtration fonctionne
10 sous pression. La zone 4a constitue alors une amorce de rupture même si par ailleurs la plaque de tête 3 possède d'excellentes propriétés mécaniques. Ceci est dû à la faible résistance au pelage que possèdent les résines actuellement sur le marché.

15 Des essais ont été réalisés en utilisant des plaques de tête ou d'empotage réalisées avec des jeux de rainures à la surface interne du carter. Dans un carter de diamètre nominal 300 mm dont la paroi a une épaisseur de 5 mm, on pratique trois rainures 5a, 5b, 5c de
20 section rectangulaire, d'une longueur de 4 mm et d'une profondeur de 1,5 mm, espacées de 7 mm (cf. figure 4). Le carter est en résine d'ester vinylique et le matériau d'empotage est une résine époxy bi ou multicomposants classique.

25 On réalise des plaques de tête de deux hauteurs différentes, soit 30 mm et 50 mm. Une fois le durcissement de la résine d'empotage terminé, on cherche à décoller la plaque de tête du module sous presse. Pour ce faire, on dépose une plaque d'acier sur la plaque de
30 tête et on applique une force (exprimée en tonnes).

TABLEAU 1

Essais de décollement entre carter et plaque de tête.

	Essai n°	Hauteur de plaque (mm)	Force appliquée tonnes	Type de rupture	Rainures
5	1	50*	32	cohésive	non
	2	50*	37	cohésive	oui
	3	50**	26	adhésive	non
	4	50**	29	adhésive + cohésive	oui
	5	50*	14	adhésive	non
10	6	50*	19	adhésive + cohésive	oui

* Mélange d'empotage effectué manuellement

** Mélange d'empotage effectué mécaniquement.

Dans tous les cas la surface du carter correspondant à l'emplacement de la plaque d'empotage a été dégraissée à l'éthanol, dépoussiérée et séchée.

On observe qu'en présence de rainures, les ruptures sont cohésives (fragmentation de la plaque) et que même si la liaison plaque-carter est rompue localement par rupture adhésive, il est nécessaire d'appliquer des forces plus élevées pour obtenir la rupture cohésive.

Le risque de rupture adhésive par vieillissement chimique ou du fait d'une pollution préalable de la surface interne du carter n'est toutefois pas exclu et si subsiste alors l'ancrage mécanique de la plaque dans les rainures, on se trouve confronté à des problèmes d'étanchéité à plus ou moins long terme.

Pour éviter cet inconvénient, on forme sur une zone correspondant substantiellement à la zone d'empotage une couche de résine ayant à l'état durci une plus grande souplesse que la résine d'empotage durcie et avec une épaisseur finale supérieure à celle d'une couche

d'accrochage classique. Il existe donc ainsi entre la plaque d'empotage et le carter une couche de résine souple qui, si elle vient à se décoller soit de la face interne du carter soit de la plaque d'empotage, constitue un joint qui lors d'éventuels déplacements de la plaque par rapport au carter est coïncée dans les zones de contact entre les rainures et les bossages de la plaque, en assurant ainsi une étanchéité.

Exemple I

Réalisation d'une couche de résine.

Sur un carter en résine d'ester vinylique ayant un diamètre nominal de 300 mm, on procède à un rainurage comme décrit précédemment. Après grattage à la toile émeri de la surface devant recevoir la couche de résine (par exemple de l'ordre de 5 cm), pour obtenir une surface rugueuse, et élimination des poussières formées par insufflation d'air comprimé, on nettoie la surface avec un tissu imbibé d'éthanol et on la fait sécher. On applique ensuite une couche de résine de polyuréthane à l'aide d'un pinceau large. On effectue plusieurs passages pour faire pénétrer la résine dans toutes les surfaces accessibles et obtenir l'épaisseur voulue. La résine de polyuréthane peut être remplacée par une résine époxy plus souple que la résine utilisée pour couler la plaque de tête. Une résine ayant une dureté Shore D égale ou inférieure à 70 convient particulièrement.

Après application de la couche de polyuréthane ou de résine époxy, on ferme le module de manière à ce qu'il soit parfaitement étanche et à l'abri d'une éventuelle pollution. On laisse se faire la réticulation de la couche à la température ambiante. En général, trois à quatre jours sont nécessaires avant que l'on ne procède à l'empotage d'un faisceau dans le carter.

On réalise l'empotage en utilisant la résine époxy décrite dans le tableau 1 ci-dessus, en coulant la

plaque avec un débit de 100 g/mn pendant 51 mn. La quantité totale de résine injectée est de 5100 g et la hauteur totale d'empotage est de 47 mm.

La durée de gélification du produit est d'environ 5 36 h et 2 jours suffisent pour assurer une bonne réticulation.

Exemple II

Simulation de vieillissement

On prépare un module de filtration en utilisant le 10 mode opératoire de l'exemple précédent, mais en faisant intervenir entre la réalisation de la couche de résine molle et la réalisation des plaques de tête, une étape de pollution par application d'une huile silicone de 15 manière à mouiller légèrement la surface interne du carter. Dans de telles conditions, on ne peut pas considérer qu'il y a adhésion entre la couche de résine molle et la plaque de résine époxy.

Cependant, des essais réalisés après avoir laissé les plaques de tête durcir pendant une semaine, montrent que 20 le système reste étanche jusqu'à 6 bars de pression interne (valeur nettement supérieure à celle utilisée normalement en service).

Une autre forme de rainures peut être utilisée et est représentée sur la figure 3. Il s'agit en fait d'un 25 simple évidement 5 de forme arrondie dont la couche de résine molle 6 épouse la forme.

La surface interne du carter peut aussi comporter des nervures 7, venues de moulage ou rapportées.

Le nombre et la forme des rainures ou nervures sont 30 indifférents.

De préférence encore la dimension de la couche 6 selon l'axe longitudinal du carter est supérieure à la dimension correspondante de la plaque de tête 3, en évitant ainsi de faire coïncider la limite de la couche 35 6 avec la zone de faiblesse 4a constituée par le joint 4 entre la plaque de tête et le carter, la plus grande

souplesse de la couche 6 diminuant la fragilité de la liaison en cet endroit critique.

On voit donc que s'il advenait par vieillissement une rupture adhésive entre la plaque et le carter, la couche 5 6 constituerait un joint souple qui se trouve coïncé entre l'évidement 5 du carter et le bossage 3a correspondant de la plaque de tête, assurant ainsi l'étanchéité. Pour aboutir à une rupture de la liaison entre la plaque de tête et le carter, il faut alors 10 atteindre la rupture cohésive de la plaque or celle-ci nécessite des pressions nettement plus élevées.

La présence de la couche 6 a l'avantage supplémentaire que l'on peut réaliser le module dans des conditions de propreté moins contraignantes 15 qu'auparavant, où il fallait réaliser les empotages dans des conditions de propreté rigoureuses pour éviter des ruptures adhésives. L'exemple II précédent montre que l'on obtient de bons résultats même en cas d'une pollution accidentelle importante.

20 La nature de la couche 6 est variable. On peut par exemple utiliser des élastomères connus pour leur grande souplesse, comme les colles à base de polyuréthane qui adhèrent bien sur des résines d'esters vinyliques et sur des résines époxy. Pour des raisons pratiques, les 25 carters utilisés à l'heure actuelle sont essentiellement en résine d'esters vinyliques qui sont acceptés dans le domaine alimentaire (application au traitement de l'eau).

On peut également utiliser comme matériau pour la 30 couche 6 des résines époxy réticulées à l'aide de durcisseurs aliphatiques. De telles résines donnent après réticulation des résines plus souples que celles obtenues avec des durcisseurs cycliques.

Des matériaux de même nature que la résine utilisée 35 pour l'empotage peuvent également être utilisés, par exemple une résine époxy ayant une chaîne

macromoléculaire plus longue qui sera plus souple après réticulation.

On peut même à la rigueur utiliser le même mélange que pour la plaque d'empotage. En effet, le fait d'avoir
5 réticulé une faible quantité de résine donne au produit final un degré de réticulation plus faible. La couche est donc moins réticulée et a une plus grande souplesse et en outre conserve un grand nombre de sites réceptifs libres et sert de très bon promoteur d'adhésion entre la
10 plaque d'empotage et le carter.

Il est entendu que d'autres formes de rainures peuvent être utilisées et que d'autres couples de matériaux pour la couche 6 et pour la plaque d'empotage
3 peuvent être utilisés, pour autant que la couche 6
15 soit plus souple que la résine de la plaque d'empotage.

REVENDEICATIONS

- 1.- Module de filtration comprenant un carter cylindrique et un ou plusieurs faisceaux de fibres creuses collés par empotage au carter à une de leurs extrémités ou aux deux, caractérisé en ce que la surface interne du carter (1) présente, au niveau du ou des empotages (3), un rainurage (5) ou des nervures (7) et est revêtue d'une couche de résine (6) plus souple que la résine d'empotage du ou des faisceaux (2), ayant une épaisseur supérieure à celle d'une couche d'accrochage.
- 5
- 2.- Module de filtration selon la revendication 1, caractérisé en ce que la dimension de la couche de résine selon l'axe longitudinal du carter est supérieure à la dimension correspondante de l'empotage.
- 10
- 3.- Procédé de fabrication d'un module de filtration à fibres creuses selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'on prévoit un rainurage ou des nervures à la surface interne du carter, au niveau de la ou des plaques d'empotage, on applique au niveau des plaques d'empotage une couche de résine durcissable qui, une fois durcie, est plus souple que le matériau d'empotage durci, avec une épaisseur finale supérieure à celle d'une couche d'accrochage et on procède ensuite aux empotages de la manière habituelle.
- 15
- 20

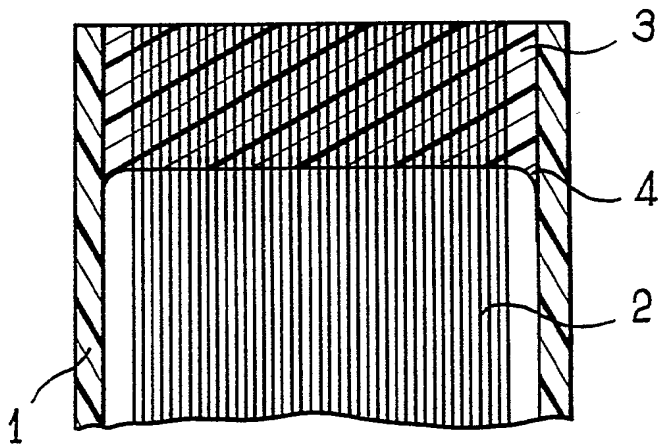


FIG. 1

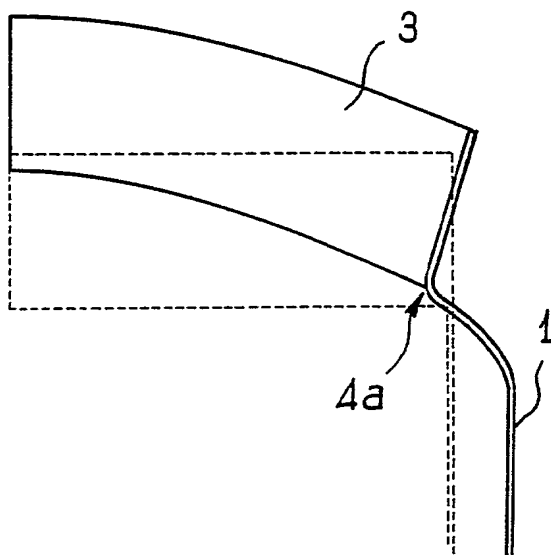


FIG. 2

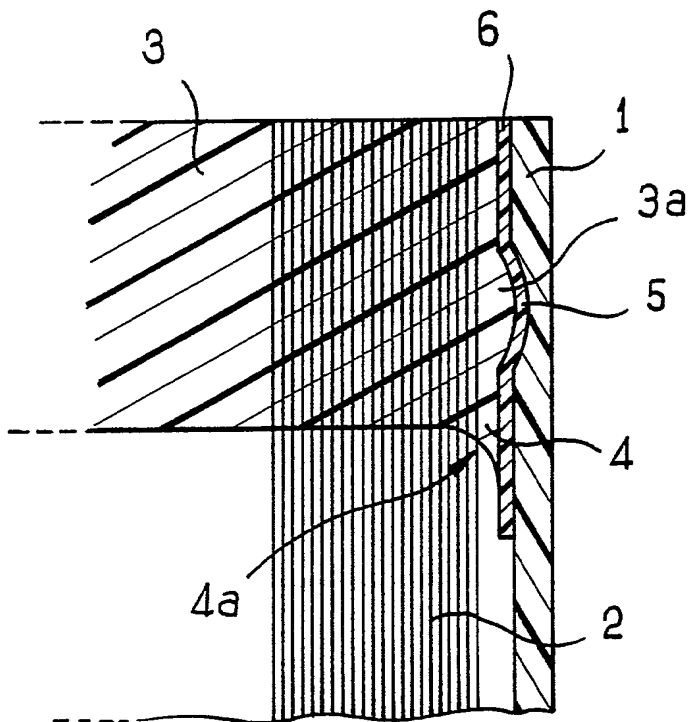


FIG. 3

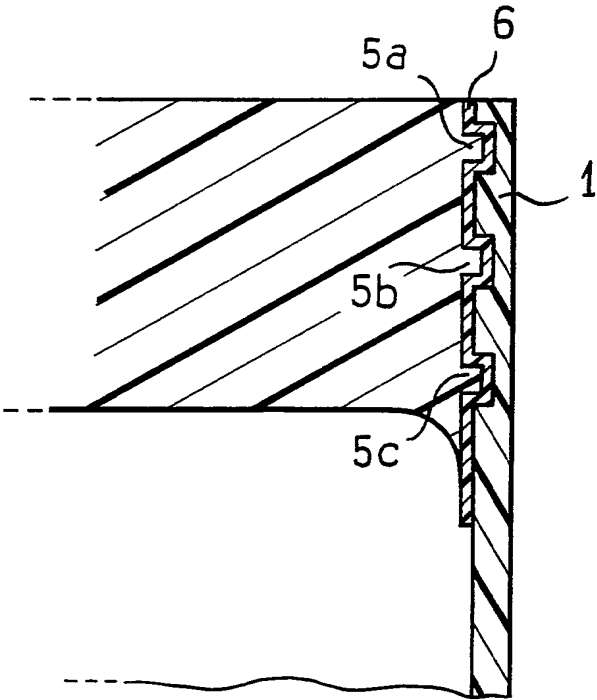


FIG. 4

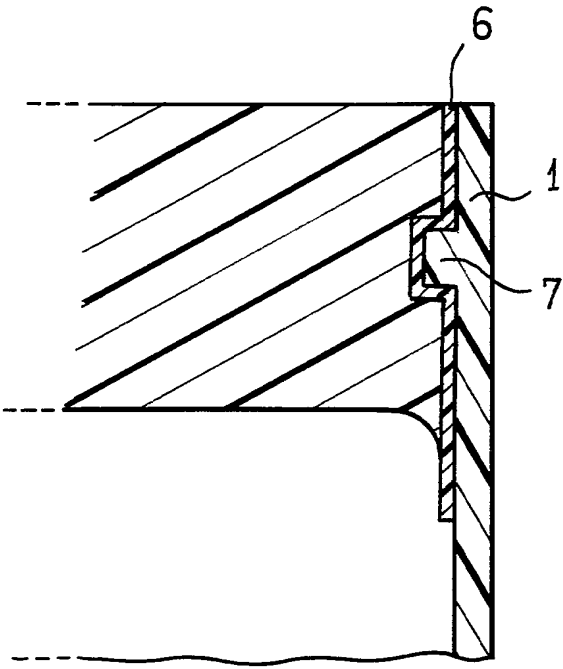


FIG. 5

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 546 (C-661)(3894) 6 Décembre 1989 & JP-A-01 224 008 (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD) 7 Septembre 1989 * abrégé *	1
Y	& DATABASE WPI Section Ch, Week 8942, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A04, AN 89-304137 * abrégé *	3
X	EP-A-0 334 202 (AKZO NV) * le document en entier *	1,2
Y		3
A	US-A-4 898 670 (GOLLAN) * le document en entier *	1
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 16, no. 406 (C-0978)27 Août 1992 & JP-A-04 135 630 (MITSUBISHI RAYON CO LTD) 11 Mai 1992 * abrégé * & DATABASE WPI Section Ch, Week 9225, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A12, AN 92-205071 * abrégé *	1,3
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 330 (C-741)(4273) 16 Juillet 1990 & JP-A-02 119 923 (MITSUBISHI RAYON CO LTD) * abrégé *	1,3
--- -/-		
Date d'achèvement de la recherche 24 SEPTEMBRE 1993		Examineur HOORNAERT P.G.R.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons</p> <p>..... & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FR 9215379
FA 479741
Page 2

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 8, no. 255 (C-253)(1692) 21 Novembre 1984 & JP-A-59 136 104 (ASAHI KASEI KOGYO KK) 4 Août 1984 * abrégé *	1,3
A	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 10, no. 339 (C-385)(2395) 15 Novembre 1986 & JP-A-61 141 904 (DAICEL CHEM IND LTD) 28 Juin 1986 * abrégé * & DATABASE WPI Section Ch, Week 8632, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A12, AN 86-208972 * abrégé *	1-3
A	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 559 (C-0787)12 Décembre 1990 & JP-A-02 241 523 (SUMITOMO BAKELITE CO LTD) 26 Septembre 1990 * abrégé *	1,3
Y	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 10, no. 373 (C-391)(2430) 12 Décembre 1986 & JP-A-61 167 406 (SUMITOMO BAKELITE CO LTD) 29 Juillet 1986 * abrégé * & DATABASE WPI Section Ch, Week 8636, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A05, AN 86-236696 * abrégé *	1,3

Date d'achèvement de la recherche 24 SEPTEMBRE 1993		Examineur HOORNAERT P.G.R.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		